

ORCID: 0000-0001-8267-8365

Д. І. Коломієць

Аспірант кафедри фізики, ННІ ІНФОТЕХ,
Черкаський національний університет імені Богдана Хмельницького, Черкаси, Україна,
denyskolomiets95@gmail.com

ORCID: 0000-0002-8434-1544

М. О. Пасічний

Кандидат фіз.-мат. наук, доцент,
завідувач кафедри фізики, Черкаський національний університет імені Богдана
Хмельницького, Черкаси, Україна,
pasichnyy@ukr.net

ORCID: 0000-0001-8186-9354

Я. Д. Король

Кандидат фіз.-мат. наук, доцент,
директор навчально-наукового центру фізико-хімічних досліджень, Черкаський
національний університет імені Богдана Хмельницького, Черкаси, Україна,
yaking@ukr.net

УДК: 538.9

PACS: 61.46.+w, 68.35.Rh, 81.10.-h

DOI: 10.31651/2076-5851-2020-53-58

ГІДРОТЕРМІЧНИЙ МЕТОД СИНТЕЗУ НАНОПОЯСКІВ ОКСИДУ ВАНАДІЮ V₂O₅ ПРИ ІНТЕНСИВНОМУ ПЕРЕМІШУВАННІ⁴

У роботі досліджено процес синтезу нанопоясків пентоксиду ванадію гідротермічним методом з використанням інтенсивного перемішування суспензії порошку V₂O₅ у водному розчині NaCl. Встановлено технологічну можливість застосування методу при використанні вихідного комерційного порошку з розмірами частинок 10-100 мкм. Показано, що зміна водневого показника розчину рН у процесі синтезу може бути використана у якості індикативної характеристики протікання процесу при промисловому виробництві.

Ключові слова: наноструктури, нанопояски, оксиди металів, пентоксид ванадію, гідротермічний синтез.

1. Вступ

Напівпровідні оксиди є одними з основних елементів для створення багатофункціональних матеріалів, пристроїв та систем. Синтез наноструктур із функціональних оксидів з контрольованою структурою та морфологією є критичним для наукових та технологічних застосувань. Використовуючи нові методи, відносно нещодавно, було синтезовано нанопояски, нанодропи, нанодиски, нановолокна тощо [1-5]. Завдяки високій питомій площі поверхні наноструктурних конструкцій на їх основі були виготовлені нанорозмірні пристрої, такі як польові транзистори та датчики газу, які демонструють набагато кращі показники ніж їх аналоги [4]. Наноструктури з характерним циліндрично

⁴ Статтю написано згідно з держбюджетними темами «Сингулярні розв'язки рівнянь математичної фізики в анізотропних і неоднорідних середовищах, моделювання процесів дифузії та абсорбції» (№ державної реєстрації 0119U100421) і «Мультимасштабне моделювання конкурентної нуклеації, росту і коалесценції фаз в ізотермічних та СВС-реакціях» (№ державної реєстрації 0118U003861). Автори висловлюють подяку Гусаку Андрію Михайловичу за ідею експерименту та обговорення результатів.

симетричним перерізом можна розділити на дві основні групи: порожнисті нанотрубки та суцільні нанотрубки. Проте є відмінна від інших група напівпровідних оксидних наноструктур, які мають прямокутний переріз відповідно до морфології подібної до пояса або стрічки.

У роботі [2] описано ефективний гідротермічний метод виготовлення монокристалічних нанострічок, що може бути застосований для контрольованого синтезу наноматеріалів. Цей метод має ряд переваг при створенні наноструктур за допомогою зміни динаміки реакцій, яку важко отримати з використанням твердотільних методів. Мікроструктура, розмір, дисперсність та морфологія можуть бути сильно змінені такими чинниками як температура, водневий показник рН, тиск. Звичайно існує велика кількість альтернативних способів виготовлення наноструктур, але слід зазначити, що вони потребують більш складних технологічних умов синтезу (високий тиск та температура, високотехнологічне обладнання). Останні дослідження в даному напрямку, показують, що інтенсивний механічний вплив на систему може суттєво змінити динаміку реакцій і створює нові можливості для гідротермічного синтезу наноструктур.

Особливо цікавими є наноструктури на основі пентоксиду ванадію V_2O_5 , оскільки вони можуть бути застосовані для накопичення електрохімічної енергії [5]. Використання їх в якості катода у вторинних батареях забезпечує легкий рух іонів і можливість окисно-відновних реакцій для забезпечення високої питомої ємності. Крім того, використання нанопоясків надає велику механічну гнучкість електроду батареї. Однак виникає проблема пов'язана з технологією великомасштабного виробництва цих наноструктур, де можна було забезпечити збереження їх високої однорідності за розміром, морфологією і хімічним складом.

Все ще існує технологічний розрив між академічними дослідженнями і виробничими процесами, так як розроблений в лабораторії процес майже завжди включає процедури з використанням додаткових стадій нагрівання, перетворення однієї сполуки в іншу, використання високого тиску тощо. Створення високоефективних літій-іонних акумуляторів з великою швидкістю зарядки та розрядки є важливим для портативних електронних пристроїв та електромобільних пристроїв, оскільки це значно удосконалив технологію зберігання енергії нового покоління.

Дослідження та вивчення наноструктур на сьогодні є актуальним оскільки робота у даному напрямку відкриває широкий спектр технологічних можливостей в електроніці та особливо у накопиченні енергії. Однак розробка методів виготовлення наноструктур, які можна адаптувати для великомасштабного виробництва з низькою вартістю і як були б екологічно чистими як і раніше залишається серйозною проблемою. У даній роботі проведено дослідження гідротермічного методу синтезу нанопоясків пентоксиду ванадію із використанням інтенсивного перемішування розчину.

2. Методи та матеріали

Особливістю гідротермічного методу синтезу монокристалічних нанострічок V_2O_5 є його екологічна безпека та висока ефективність у плані великомасштабного виробництва в умовах навколишнього середовища шляхом простого інтенсивного перемішування суспензії порошку V_2O_5 у водному розчині $NaCl$. Для росту наноструктур у даному підході не потрібно використовувати інших додаткових специфічних умов. У процесі дослідження було виготовлено установку для гідромеханічного синтезу нанопоясків пентоксиду ванадію шляхом інтенсивного перемішування водного розчину/суспензії промислового порошку пентоксиду ванадію, яка забезпечує плавне регулювання та підтримання незмінної швидкості обертання в діапазоні 100-1000 об/хв протягом всього експерименту.

Для дослідження використовувався комерційний порошок V_2O_5 з розмірами частинок в межах від 10-100 мкм. Приготування суспензії відбувалося наступним чином: у 150 мл дистильованої води розчинялося 2 моля $NaCl$, після чого додавалося 10 г порошку V_2O_5 . Однорідність вихідної суспензії забезпечувалась використанням ультразвукової ванни протягом 1 хвилини. Для синтезу нанопоясків V_2O_5 досліджувана суспензія протягом певного

часу піддавалася інтенсивному механічному перемішуванню у виготовленій установці. Під час перемішування проводилися вимірювання температури, водневого показника рН розчину, в'язкості досліджуваної суспензії. Синтезовані нанопояски досліджувалися методами растрової електронної мікроскопії (РЕМ) та рентгенівської дифрактометрії.

3. Результати та обговорення

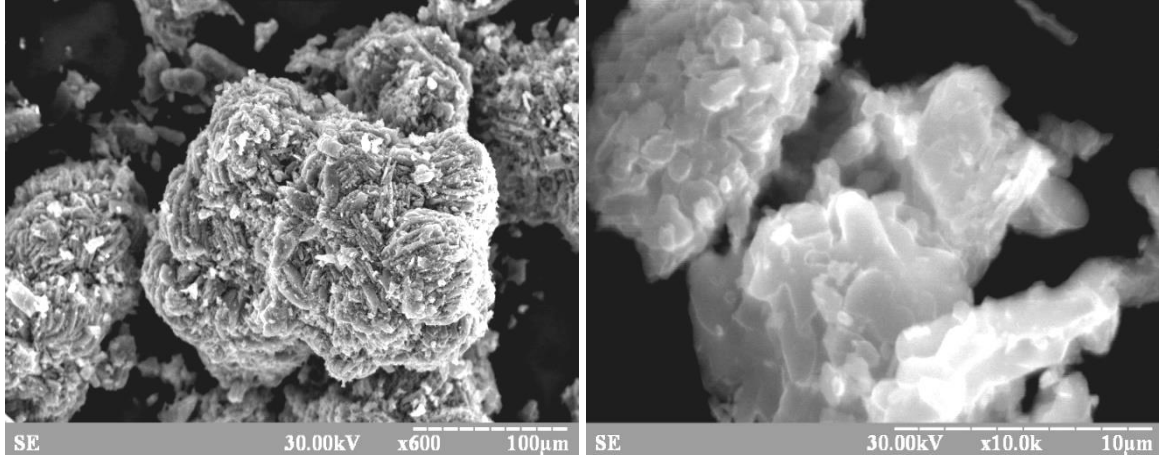


Рис. 1. РЕМ знімки вихідного порошку пентоксиду ванадію.
Fig. 1. SEM images of the original vanadium pentoxide powder.

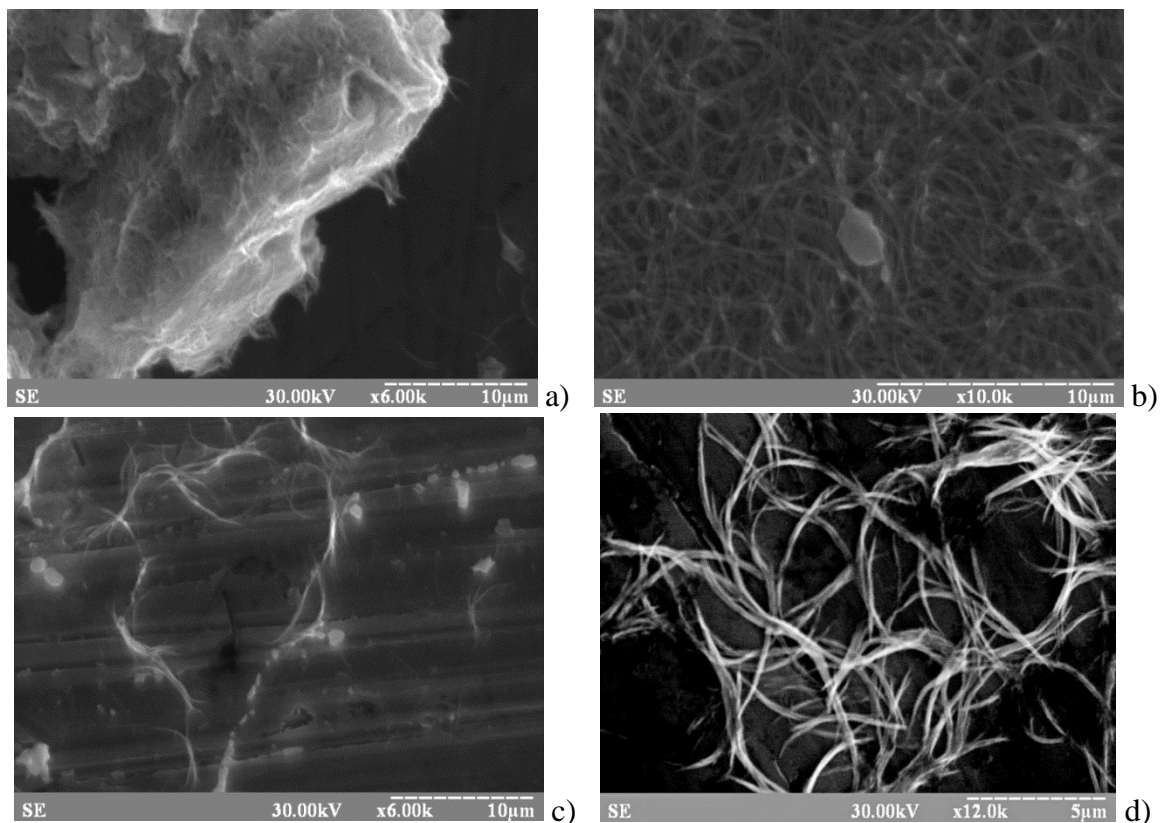


Рис. 2. РЕМ знімки процесу формування нанопоясів V_2O_5 при інтенсивному перемішуванні суспензії з частотою 500 об/хв при температурі 12-14 °С протягом: а) 24 год; б) 48 год; в) 72 год; д) 225 год

Fig. 2. SEM images of the process of V_2O_5 nanobelts formation with vigorous stirring of the suspension with a frequency of 500 rpm at a temperature of 12-14 °C for: a) 24 hours; b) 48 hours; c) 72 hours; d) 225 hours.

Встановлено, що на процес утворення нанопоясків впливає температура, час та інтенсивність перемішування досліджуваної суспензії, розмір вихідних частинок порошку. Підтверджено можливість формування нанопоясків з вихідного порошку з розмірами частинок 10-100 мкм. На відміну від результатів досліджень для вихідного порошку мікронного і субмікронного розміру [2], 72 годин перемішування при частоті 500 об/хв не достатньо для повного перетворення вихідного матеріалу. На рисунках 1, 2 представлено послідовність процесу перетворення порошку V2O5 у нанопояси.

Встановлено, що рівень водневого показника рН розчину зменшується у процесі формування нанопоясків V2O5 (рис. 3), що може слугувати індикативною характеристикою швидкості синтезу. Також процес формування нанопояскових структур пентоксиду ванадію супроводжується збільшенням в'язкості суспензії (рис. 4).

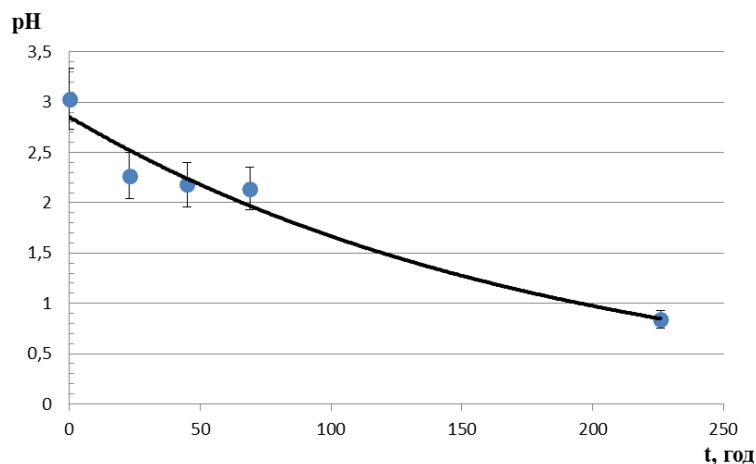


Рис. 3. Зміна водневого показника рН розчину у процесі синтезу нанопоясків V2O5 при швидкості перемішування 500 об/хв та температурі суспензії 12-14 °С.

Fig. 3. The change in the pH of the solution during the synthesis of V2O5 nanobelts at a stirring speed of 500 rpm and a suspension temperature of 12-14 °С.

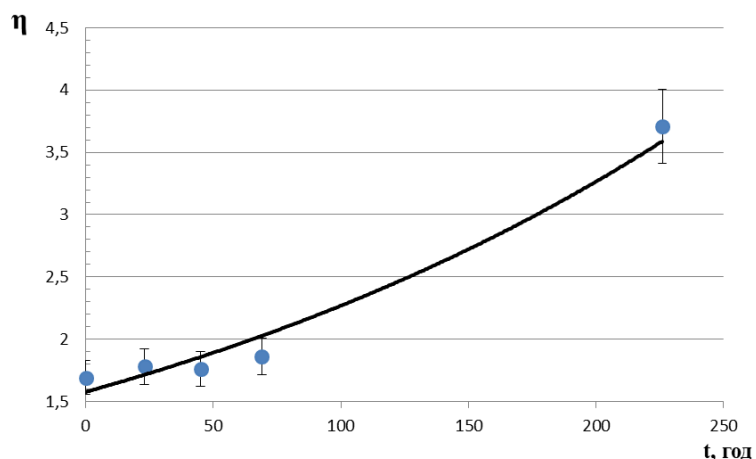


Рис. 4. Зміна в'язкості розчину у процесі синтезу нанопоясків V2O5 при швидкості перемішування 500 об/хв та температурі суспензії 12-14 °С.

Fig. 4. The change in the viscosity of the solution during the synthesis of V2O5 nanobelts at a stirring speed of 500 rpm and a suspension temperature of 12-14 °С.

4. Висновки

Підтверджено можливість використання гідротермічного методу у комбінації з інтенсивним механічним перемішуванням розчину для синтезу нанонанопоясків пентоксиду ванадію V2O5. Встановлено, що даний метод може бути успішно застосований для синтезу

нанонанопоєсів V₂O₅ із комерційного порошку з розмірами частинок 10-100 мкм. Однак, на відміну від випадку використання вихідного порошку з мікронними і субмікронним розміром частинок [2], 72 години інтенсивного перемішування не достатньо для повного перетворення частинок V₂O₅ у нанопояски. Виявлено, що характерною особливістю процесу структурного перетворення частинок у нанопояски V₂O₅ є зменшення водневого показника рН розчину, що може бути використано як індикативну інтегральну характеристику швидкості процесу синтезу нанопоясів пентоксиду ванадію при промисловому виробництві.

Варто зазначити, що важливими чинниками, які можуть критично впливати на процес гідротермічного синтезу наноструктур при інтенсивному перемішуванні є склад суспензії, її температура, швидкість перемішування. Дослідження впливу вказаних факторів буде проведено у наступних роботах.

Список використаної літератури:

1. Minoh Lee. One-step hydrothermal synthesis of graphene decorated V₂O₅ nanobelts for enhanced electrochemical energy storage/M. Lee, S. K. Balasingam, H. Y. Jeong, Won G. Hong, Han-Bo-Ram Lee, B.yung H. Kim & Y. Jun // *Scientific Reports*. – 2015. – V. 8151– Режим доступу: <https://doi.org/10.1038/srep08151>
2. Xianhong Ruia. Ambient dissolution-recrystallization towards large-scale preparation of V₂O₅ nanobelts for high-energy battery applications / R. Xianhong, T. Yuxin, O. Malyi, A. Gusak, Y. Zhang // *Journal of Nano Energy*. – 2016. – V. 22. – P. 583-593. – Режим доступу: <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2016.03.001>
3. Yuxin Tang. Mechanical Force-Driven Growth of Elongated Bending TiO₂-based Nanotubular Materials for Ultrafast Rechargeable Lithium Ion Batteries / Y. Tang, Y. Zhang, J. Deng, J. Wei // *Advanced Materials*. – 2014. – V. 26. – P. 6111-6118. – Режим доступу: <https://doi.org/10.1002/adma.201402000>
4. Z. L. Wang. Nanobelts, Nanowires, and Nanodiskettes of Semiconducting Oxides – From Materials to Nanodevices / Z. L. Wang // *Advanced Materials*. – 2003. – V. 15. – P. 432-436. – Режим доступу: <https://doi.org/10.1002/adma.200390100>
5. Zheng Wei Pan. Nanobelts of Semiconducting Oxides / Z. Wei Pan, Z. Rong Dai, Z. Lin Wang // *Science*. – 2001. – V. 291. – P. 1947-1949. – Режим доступу: <https://doi.org/10.1126/science.1058120>

References:

1. Minoh Lee. *One-step hydrothermal synthesis of graphene decorated V₂O₅ nanobelts for enhanced electrochemical energy storage*/M. Lee, S. K. Balasingam, H. Y. Jeong, Won G. Hong, Han-Bo-Ram Lee, B.yung H. Kim & Y. Jun // *Scientific Reports*. – 2015. – V. 8151– Retrieved from <https://doi.org/10.1038/srep08151>
2. Xianhong Ruia. *Ambient dissolution-recrystallization towards large-scale preparation of V₂O₅ nanobelts for high-energy battery applications* / R. Xianhong, T. Yuxin, O. Malyi, A. Gusak, Y. Zhang // *Journal of Nano Energy*. – 2016. – V. 22. – P. 583-593. – Retrieved from: <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2016.03.001>
3. Yuxin Tang. *Mechanical Force-Driven Growth of Elongated Bending TiO₂-based Nanotubular Materials for Ultrafast Rechargeable Lithium Ion Batteries* / Y. Tang, Y. Zhang, J. Deng, J. Wei // *Advanced Materials*. – 2014. – V. 26. – P. 6111-6118. – Retrieved from <https://doi.org/10.1002/adma.201402000>
4. Z. L. Wang. *Nanobelts, Nanowires, and Nanodiskettes of Semiconducting Oxides – From Materials to Nanodevices* / Z. L. Wang // *Advanced Materials*. – 2003. – V. 15. – P. 432-436. – Retrieved from <https://doi.org/10.1002/adma.200390100>
5. Zheng Wei Pan. *Nanobelts of Semiconducting Oxides* / Z. Wei Pan, Z. Rong Dai, Z. Lin Wang // *Science*. – 2001. – V. 291. – P. 1947-1949. – Retrieved from <https://doi.org/10.1126/science.1058120>

D. I. Kolomiets

PhD student of the Department of Physics,
The Bohdan Khmelnytsky National University of Cherkasy, Cherkasy, Ukraine,
denyskolomiets95@gmail.com

M. O. Pasichnyy

Candidate of physical and mathematical sciences, associate professor, Head of the
Department of Physics, The Bohdan Khmelnytsky National University of Cherkasy,
Cherkasy, Ukraine,
pasichnyy@ukr.net

Ya. D. Korol

Candidate of physical and mathematical sciences, associate professor, Director of the
Educational and Scientific Center for Physical and Chemical Research, The Bohdan
Khmelnysky National University of Cherkasy, Cherkasy, Ukraine,
yaking@ukr.net

**HYDROTHERMAL METHOD OF SYNTHESIS OF VANADIUM PENTOXIDE
V₂O₅ NANOBELTS WITH INTENSIVE MIXING**

Summary. *The process of synthesis of vanadium pentoxide nanobelts by hydrothermal method using intensive stirring of a suspension of V₂O₅ powder in aqueous NaCl solution was studied. The peculiarity of the hydrothermal method of synthesis of single-crystal V₂O₅ nanobelts is its ecological safety and high efficiency in terms of large-scale production by simple intensive mixing of the suspension of V₂O₅ powder in aqueous NaCl solution. No other specific conditions are required for the growth of nanostructures in this approach. Preparation of the suspension was as follows: 2 moles of NaCl was dissolved in 150 ml of distilled water, then 10 g of commercial V₂O₅ powder with particle sizes in the range from 10-100 μm was added. For the synthesis of V₂O₅ nanobelts, the test suspension was subjected to intensive mechanical stirring. During mixing, the temperature, pH of the solution, the viscosity of the test suspension were measured. The synthesized nanobelts were investigated by scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffractometry.*

The technological possibility of application the hydrothermal method in combination with intensive mechanical stirring of the solution for the synthesis of vanadium pentoxide nanobelts from powder with a particle size of 10-100 μm was confirmed. The characteristic feature of the process of structural transformation of particles into V₂O₅ nanobelts is the reduction in pH of the solution, which can be used as an indicative integral characteristic of the rate of synthesis of vanadium pentoxide nanobelts in industrial production.

The important factors that can critically affect the process of hydrothermal synthesis of nanostructures during intensive mixing are the composition of the suspension, its temperature, mixing speed. The investigation of the influence of these factors will be carried out in the following works.

Key words: nanostructures, nanobelts, metal oxides, vanadium pentoxide, hydrothermal synthesis.

Одержано редакцією 08.10.2020
Прийнято до друку 15.11.2020